

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-319376

(43)Date of publication of application : 21.11.2000

(51)Int.Cl.

C08G 64/06  
C08G 64/14  
C08G 64/24  
C08G 64/30  
G02B 1/04  
G11B 7/24

(21)Application number : 11-132834

(71)Applicant : MITSUBISHI GAS CHEM CO INC

(22)Date of filing : 13.05.1999

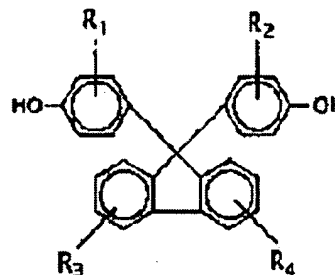
(72)Inventor : KANEKAWA TATSUYA  
NAKATANI HIDEKAZU  
MASUMOTO MITSUHIKO  
HONDA NORIAKI

## (54) MOLDING MATERIAL FOR OPTICAL RECORDING MEDIUM

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a molding material for optical recording medium having low birefringence as well as good moldability by using a copolymerized polycarbonate resin derived from a specific bisphenol and a specific compound containing phenolic hydroxyl group.

SOLUTION: A polycarbonate to be used as a component of the objective molding material and having an intrinsic viscosity of 0.3-0.5 dL/g can be produced by reacting (A) a compound of formula (R1 to R4 are each H, a 1-5C alkyl, a 6-12C aryl, a 2-5C alkenyl or the like) with (B) 2,2-bis(4-hydroxyphenyl) propane, (C) a compound having  $\geq 3$ -functional phenolic hydroxyl group [e.g. 1,1,1-tris(4-hydroxyphenyl)ethane] and (D) a compound capable of forming carbonic acid ester. The component A is preferably 9,9-bis(4-hydroxyphenyl)fluorene and/or 9,9-bis (3-methyl-4-hydroxyphenyl)fluorene. The amount of the component C to be added to 100 mol of the sum of the components A and B is 0.2-3.0 mol.



---

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 27.04.2006

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2000-319376  
(P2000-319376A)

(43) 公開日 平成12年11月21日(2000.11.21)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	ターミナル*(参考)
C 0 8 G 64/06		C 0 8 G 64/06	4 J 0 2 9
64/14		64/14	5 D 0 2 9
64/24		64/24	
64/30		64/30	
G 0 2 B 1/04		C 0 2 B 1/04	

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平11-132834	(71) 出願人	000004466 三菱瓦斯化学株式会社 東京都千代田区丸の内 2 丁目 5 番 2 号
(22) 出願日	平成11年 5 月13日(1999. 5. 13)	(72) 発明者	金川 達也 大阪府豊中市神州町 2 丁目12番地 三菱瓦 斯化学株式会社大阪工場内
		(72) 発明者	中谷 秀和 大阪府豊中市神州町 2 丁目12番地 三菱瓦 斯化学株式会社大阪工場内
		(72) 発明者	増本 光彦 大阪府豊中市神州町 2 丁目12番地 三菱瓦 斯化学株式会社大阪工場内

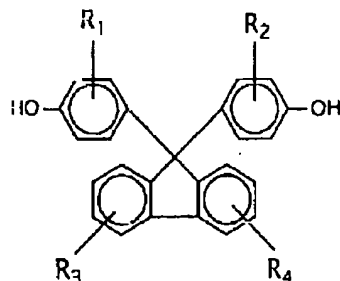
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光記録媒体用成形材料

(57) 【要約】

【課題】 成形性および低複屈折性に優れた光記録媒体用成形材料を提供する。

【解決手段】 一般式 (A)、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン及び3官能以上のフェノール性水酸



(A)

(式中、R<sub>1</sub> ~ R<sub>4</sub> は、各々独立して、水素原子、炭素数1~5のアルキル基、炭素数6~12のアリール基、

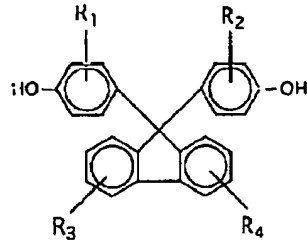
基を有する化合物と、炭酸エステル形成化合物とを反応させてなる極限粘度が0.3 ~0.5 dl/gであるポリカーボネートからなる光記録媒体用成形材料。

【化1】

炭素数2~5のアルケニル基、炭素数1~5のアルコキシ基又は炭素数7~17のアラルキル基を表す。)

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(A)、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン及び3官能以上のフェノール性水酸基を有する化合物と、炭酸エステル形成化合物とを反応



(A)

(式中、 $R_1 \sim R_4$  は、各々独立して、水素原子、炭素数1~5のアルキル基、炭素数6~12のアリール基、炭素数2~5のアルケニル基、炭素数1~5のアルコキシ基又は炭素数7~17のアラルキル基を表す。)

【請求項2】 一般式(A)と2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンの合計量100モル部に対して、3官能以上のフェノール性水酸基を有する化合物を0.2~3.0モル部添加してなる請求項1記載の光記録媒体用成形材料。

【請求項3】 3官能以上のフェノール性水酸基を有する化合物が、1,1,1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、4,4'-[1-[4-[1-(4-ヒドロキシフェニル)-1-メチルエチル]フェニル]エチリデン]ビスフェノール、及び2,4,6-トリス(4-ヒドロキシフェニル)-2,6-ジメチル-3-ヘプテンからなる群より選択された少なくとも1種類である請求項1記載の光記録媒体用成形材料。

【請求項4】 一般式(A)が9,9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレン及び/又は9,9-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)フルオレンである請求項1記載の光記録媒体用成形材料。

【請求項5】 アルカリ水溶液と有機溶媒存在下で、一般式(A)、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン及び3官能以上のフェノール性水酸基を有する化合物に、ホスゲン吹き込んだ後、第4級アンモニウム塩を添加し重縮合反応を開始させ、次に分子量調節剤となる一価フェノールを添加し、更に3級アミン重合触媒を添加し、重縮合を促進せしめることを特徴とする請求項1記載の光記録媒体用成形材料の製造方法。

【請求項6】 分子量調節剤となる一価フェノールと3級アミン重合触媒を同時に添加する請求項5記載の光記録媒体用成形材料の製造方法。

【請求項7】 第4級アンモニウム塩がトリエチルベンジルアンモニウムクロライド、トリメチルベンジルアンモニウムクロライドである請求項5記載の光記録媒体用成形材料の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、コンパクトディス

させてなる極限粘度が0.3~0.5 dl/gであることを特徴とするポリカーボネートからなる光記録媒体用成形材料。

## 【化1】

ク、レーザーディスク、光カード、MOディスクなどの光記録媒体を製造するのに好適な成形性とともに複屈折の低減されたポリカーボネート樹脂光記録媒体用成形材料に関する。

## 【0002】

【従来の技術】ビスフェノールA型ポリカーボネートは、その透明性、耐熱性、耐加水分解性、寸法安定性などの特徴を生かして、最近では光ディスク用基盤材料として広く用いられるようになった。しかしながら、光ディスク用にポリカーボネートを用いる場合いくつかの問題点があった。

【0003】光ディスク基盤としての性能のうち、情報読み取り、書き込みに用いられるレーザー光線を実質的に弱めてしまう複屈折は最も重要な問題であり、複屈折が大きい材料ではエラーが増加し、記録媒体としての信頼性が劣ってしまう。

【0004】これらの複屈折低減を目的とした様々なポリカーボネート樹脂材料が開発されている。(特開昭60-215020, 特開昭62-181115)しかしながら、近年、高密度化が進む光ディスク分野において、これらの材料では複屈折対策は十分とは言えなかった。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、優れた成形性と低複屈折性を両立した光記録媒体用成形材料を提供することを目的とする。

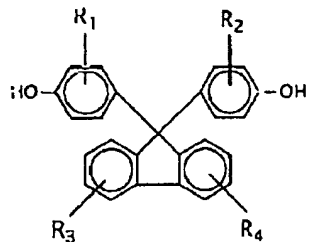
## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、従来の課題を解決すべく鋭意検討を重ねた結果、特定のビスフェノール類及び3官能以上のフェノール性水酸基を有する化合物より誘導された共重合ポリカーボネート樹脂には、低複屈折性と良好な成形性を兼ね備えた良質の光記録媒体成形材料となることを見だし、本発明を完成するに至った。

## 【0007】

【発明の実施の形態】即ち、本発明は、一般式(A)、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン及び3官能以上のフェノール性水酸基を有する化合物と、炭酸エス

テル形成化合物とを反応させてなる極限粘度が0.3～0.5 dl/gであることを特徴とするポリカーボネートからなる



(A)

(式中、 $R_1 \sim R_4$  は、各々独立して、水素原子、炭素数1～5のアルキル基、炭素数6～12のアリール基、炭素数2～5のアルケニル基、炭素数1～5のアルコキシ基又は炭素数7～17のアラルキル基を表す。)

【0008】また、本発明は、アルカリ水溶液と有機溶媒存在下で、前記一般式(A)、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニレン)プロパン及び3官能以上のフェノール性水酸基を有する化合物に、ホスゲン吹き込んだ後、第4級アンモニウム塩を添加し重縮合反応を開始させ、次に分子量調節剤となる一価フェノールを添加し、更に3級アミン重合触媒を添加し、重縮合を促進せしめることを特徴とする光記録媒体用成形材料の製造方法である。

【0009】炭酸エステル形成性化合物としては、例えばホスゲンや、ジフェニルカーボネート、ジ-p-トリルカーボネート、フェニル-p-トリルカーボネート、ジ-p-クロロフェニルカーボネート、ジナフチルカーボネートなどのビスアリールカーボネートが挙げられる。これらの化合物は2種類以上併用して使用することも可能である。

【0010】本発明の一般式(A)で表される化合物としては、具体的には、9,9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレン、9,9-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)フルオレン、3,6-ジメチル-9,9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレン、9,9-(3-メトキシ-4-ヒドロキシフェニル)フルオレン、9,9-ビス(3-エトキシ-4-ヒドロキシフェニル)フルオレン、9,9-(3-エチル-4-ヒドロキシフェニル)フルオレン、4,5-ジメチル-9,9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレン、9,9-(3-フェニル-4-ヒドロキシフェニル)フルオレン、3,6-ジメチル-9,9-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)フルオレン及び3,6-ジフェニル-9,9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレン等を挙げることができる。特に、9,9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレン及び9,9-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)フルオレンが好ましい。

【0011】本発明中の分岐化剤として作用する3官能以上のフェノール性水酸基を有する化合物としては、フロログルシン、2,4,4'-トリヒドロキシベンゾフェノン、2,4,4'-トリヒドロキシジフェニルエーテル、2,2-ビス(2,4-ジヒドロキシフェニル)プロパン、2,2',4,4'-

る光記録媒体用成形材料である。

【化2】

テトラヒドロキシジフェニルメタン、2,4,4'-トリヒドロキシジフェニルメタン、2,4,6-トリス(4-ヒドロキシフェニル)-2,6-ジメチル-ヘプテン-3、2,4,6-トリス(4-ヒドロキシフェニル)-4,6-ジメチル-ヘプタン-2、2,6-ビス(2-ヒドロキシ-5-メチルベンジル)-4-メチルフェノール、2,6-ビス(2-ヒドロキシ-5-イソプロピルベンジル)-4-イソプロピルフェノール、テトラキス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、 $\alpha, \alpha', \alpha''$ -トリス(4-ヒドロキシフェニル)-1,3,5-トリイソプロピルベンゼン、4,4'-[1-[4-[1-(4-ヒドロキシフェニル)-1-メチルエチル]フェニル]エチリデン]ビスフェノール、1,1,1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1,1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、1,1,1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、1,1,1-トリス(2-メチル-4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1,1-トリス(2-メチル-4-ヒドロキシフェニル)エタン、1,1,1-トリス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1,1-トリス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)エタン、1,1,1-トリス(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1,1-トリス(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)エタン、1,1,1-トリス(3-クロロ-4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1,1-トリス(3-クロロ-4-ヒドロキシフェニル)エタン、1,1,1-トリス(3,5-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1,1-トリス(3,5-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル)エタン、1,1,1-トリス(3-ブロモ-4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1,1-トリス(3-ブロモ-4-ヒドロキシフェニル)エタン、1,1,1-トリス(3,5-ジブロモ-4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1,1-トリス(3,5-ジブロモ-4-ヒドロキシフェニル)エタン、1,1,1-トリス(3-フルオロ-4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1,1-トリス(3-フルオロ-4-ヒドロキシフェニル)エタン、1,1,1-トリス(3,5-ジフルオロ-4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1,1-トリス(3,5-ジフルオロ-4-ヒドロキシフェニル)エタン、1,1,1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)-1-フェニルメタン等が例示される。そのうち、1,1,1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、4,4'-[1-[4-[1-(4-ヒドロキシフェニル)-1-メチルエチル]フェニル]エチリデン]ビスフェノール、及び2,4,6-トリス(4-ヒドロキシフェニル)-2,6-ジメチル-3-ヘプテンが反応性や取り扱い

の容易さから最も好ましい。

【0012】さらに、分岐化剤となる3官能以上のフェノール性水酸基を有する化合物は、前記一般式(A)と2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンの合計量100モル部に対して、3官能以上のフェノール性水酸基を有する化合物を0.2～3.0モル部添加することが好ましい。0.2モル部未満では流動性改善効果が低く、3.0モル部を越えると耐衝撃性が劣ってくる。また、前記一般式(A)の使用量は、重合性及び加工性の点から、前記一般式(A)と2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンの合計量に対して10～90mol%が好ましく、20～80mol%が更に好ましい。

【0013】本発明のポリカーボネートは、ビスフェノールAからポリカーボネートを製造する際に用いられている公知の方法、例えばビスフェノールとホスゲンとの直接反応(ホスゲン法)、あるいはビスフェノールとビスアリールカーボネートとのエステル交換反応(エステル交換法)などの方法を採用することができる。

【0014】前者のホスゲン法においては、通常酸結合剤および溶媒の存在下において、一般式(A)で表されるフルオレン化合物、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン及び3官能以上のフェノール性水酸基を有する化合物を、ホスゲンと反応させる。この酸結合剤としては、例えば、ピリジンや、水酸化ナトリウム及び水酸化カリウムなどのアルカリ金属の水酸化物などが用いられる。また、溶媒としては、例えば、塩化メチレン、クロロホルム、クロロベンゼン、キシレンなどが用いられる。さらに、縮重合反応を促進するために、トリエチルアミンのような第三級アミン触媒および第四級アンモニウム塩などの触媒が使用される。また、重合度調節には、フェノール、p-tert-ブチルフェノール、p-クミルフェノールなどのフェノール類等の一官能基化合物を分子量調節剤として加える。更に、所望に応じ亜硫酸ナトリウム、ハイドロサルファイトなどの酸化防止剤を少量添加してもよい。反応は、通常0～150℃、好ましくは5～40℃の範囲とするのが適当である。反応時間は反応温度によって左右されるが、通常0.5分～10時間、好ましくは1分～2時間である。また、反応中は、反応系のpHを10以上に保持することが望ましい。

【0015】一方、後者のエステル交換法においては、一般式(A)で表されるフルオレン化合物、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン及び3官能以上のフェノール性水酸基を有する化合物を、ビスアリールカーボネートと混合し、減圧下で高温において反応させる。この時、p-tert-ブチルフェノール、p-クミルフェノール及び長鎖アルキルフェノールなどの一官能基化合物を分子量調節剤として加えてもよい。反応は、通常150～350℃、好ましくは200～300℃の範囲の温度において行われ、また減圧度は最終的には1mmHg以下にすることが好ましく、エステル交換反応により生成した

該ビスアリールカーボネートから由来するフェノール類を系外へ留去させる。反応時間は反応温度や減圧度などによって左右されるが、通常1～6時間程度である。反応は窒素やアルゴンなどの不活性ガス雰囲気下で行うことが好ましく、また、所望に応じ、酸化防止剤を添加して反応を行ってもよい。

【0016】ホスゲン法とエステル交換法では、一般式(A)で表されるフルオレン化合物の反応性を考慮した場合、ホスゲン法の方が好ましい。

【0017】更に、本発明の分子量調節剤としては、特に一価フェノール類が好ましく、具体的には、ブチルフェノール、オクチルフェノール、ノニルフェノール、デカニルフェノール、テトラデカニルフェノール、ヘプタデカニルフェノール、オクタデカニルフェノール等の長鎖アルキル置換フェノール；ヒドロキシ安息香酸ブチル、ヒドロキシ安息香酸オクチル、ヒドロキシ安息香酸ノニル、ヒドロキシ安息香酸デカニル、ヒドロキシ安息香酸ヘプタデカニル等のヒドロキシ安息香酸長鎖アルキルエステル；ブトキシフェノール、オクチルオキシフェノール、ノニルオキシフェノール、デカニルオキシフェノール、テトラデカニルオキシフェノール、ヘプタデカニルオキシフェノール、オクタデカニルオキシフェノール等の長鎖アルキルオキシフェノール類が例示される。

【0018】本発明においてホスゲン法を採用する場合は、ホスゲン吹き込み終了後に反応を効率よく行うため第四級アンモニウム塩を少量添加することが好ましい。具体的には、テトラメチルアンモニウムクロライド、トリメチルベンジルアンモニウムクロライド、トリエチルベンジルアンモニウムクロライド、テトラエチルアンモニウムブロマイド、テトラ-n-ブチルアンモニウムアイオダイドなどが例示される。これらのうちトリメチルベンジルアンモニウムクロライド、トリエチルベンジルアンモニウムクロライドが好ましい。この第四級アンモニウム塩は、使用される全ビスフェノール類に対して、一般に0.0005～5mol%使用されることが好ましい。第四級アンモニウム塩の添加後、3～10分後に、トリエチルアミンのような第三級アミン及び分子量調節剤を添加して重合させることが好ましい。第三級アミンの添加量は、全ビスフェノール類に対して、0.01～1.0mol%である。また、分子量調節剤の添加量は、全ビスフェノール類に対して、3～10mol%である。

【0019】これらの反応で合成されたポリカーボネート重合体は、押出成形、射出成形、ブロー成形、圧縮成形、湿式成形など公知の成形法で成形可能であるが、光記録媒体用成形材料としては、容易に押出、射出成形ができることが望ましく、特に光記録媒体用の精密成形では極限粘度が0.3～0.5 dl/gの範囲であることが好ましい。

【0020】本発明の光記録媒体用ポリカーボネート成形材料は、射出成形で成形することが好ましく、その際

の流動性は大きすぎても小さすぎても成形性に問題が生じる。例えば高化式フローテスター (280℃、160kgf/cm<sup>2</sup>、ノズル径1mm×10mm) 測定で、15~90×10<sup>-2</sup>cc/secの範囲が好ましい。15×10<sup>-2</sup>cc/sec未満では、流動性が悪く金型への充填不良やフローマークが生じる場合があり、90×10<sup>-2</sup>cc/secを超えると金型剥離不良やソリを生じやすい。

【0021】本発明の光記録媒体用ポリカーボネート成形材料は、一般の光ディスク用ポリカーボネートと同様に高度に精製されたものでなければならない。具体的には、直径50μm以上のダストが実質上検出されず、直径0.5~50μmのダストが3×10<sup>4</sup>以下、無機および有機残留塩素が2ppm以下、残留アルカリ金属が2ppm以下、残存水酸基200ppm以下、残存窒素量5ppm以下、残存モノマー20ppm以下等の基準を可能な限り満たすように精製される。また、低分子量体除去や溶媒除去のため抽出等の後処理が行われる場合もある。

【0022】光記録媒体用ポリカーボネート成形材料は押出や射出成形時に必要な安定性や離型性を確保するため、所望に応じて、ヒンダードフェノール系やホスファイト系酸化防止剤；シリコン系、脂肪酸エステル系、脂肪酸系、脂肪酸グリセリド系、密ろう等天然油脂などの滑剤や離型剤；ベンゾトリアゾール系、ベンゾフェノン系、ジベンゾイルメタン系、サリチレート系等の光安定剤；ポリアルキレングリコール、脂肪酸グリセリド等帯電防止剤などを適宜併用してよいものであり、さらにはコスト等から、一般の光記録媒体用ポリカーボネートと性能を損なわない範囲で任意に混合して使用する事も可能である。また、本成形材料を射出成形する場合の成形温度は、流動性の観点から280~360℃が好ましい。

【0023】

【実施例】次に実施例により、本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれら実施例によってなんら限定されるものではない。

【0024】実施例1

8.8%(w/v)の水酸化ナトリウム水溶液58 に、9,9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレン2.80kg(以下BPFLと略称、8mol)、2,2-(4-ヒドロキシフェニル)プロパン7.31kg(以下BPAと略称、32mol)、1,1,1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)エタン122.4g(以下THPEと略称、0.4mol)及びハイドロサルファイト10gを加え溶解した。これにメチレンクロライド36を加え、15℃に保ちながら攪拌しつつ、ホスゲン5kgを50分かけて吹き込んだ。吹き込み終了後、トリエチルベンジルアンモニウムクロライド5g(0.022mol)を加え5分間激しく攪拌して反応液を乳化させ、次にp-ターシャールブチルフェノール570g(以下PTBPと略称、3.8mol)を加え、さらに20mlのトリエチルアミン(0.14mol)を加え、約1時間攪拌し重合させた。重合終了後、重合液を水相と有機相に分離

し、有機相をリン酸で中和し、洗液の導電率が10μS以下になるまで水洗を繰り返した後、精製樹脂液を得た。得られた精製樹脂液を、強攪拌されている45℃の温水に樹脂液をゆっくり滴下し、溶媒を除去しつつ重合物を固化した。固化物を濾過後、乾燥して白色粉末状重合体を得た。この重合体は、塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5g/dlの溶液の温度20℃における極限粘度[η]は0.35dl/gであった。得られた上記重合体を赤外線吸収スペクトルより分析した結果、1770cm<sup>-1</sup>付近の位置にカルボニル基による吸収、1240cm<sup>-1</sup>付近の位置にエーテル結合による吸収が認められ、カーボネート結合を有することが確認された。また、3650~3200cm<sup>-1</sup>の位置に水酸基由来の吸収はほとんど認められなかった。このポリカーボネート中のモノマーをGPC分析で測定した場合、いずれのモノマーも20ppm以下であった。

【0025】得られたポリカーボネート粉末にステアリン酸モノグリセリド300ppmを添加し、50μmポリマーフィルターを付けたベント付き50mm押出機にて300℃で押し出し、熔融ペレット化を行った。得られたペレットを樹脂温度350℃で、金型温度100℃、及び射出圧29.4MPaの条件で、外径120mm、厚さ1.2mmの円盤を射出成形し、2日間室内放置後30度斜め入射時の複屈折を測定した。押出ペレットについて流れ値(Q値)を測定し、成形流動性の目安とした。また、ポリカーボネート粉末を用いて、50μm厚キャストフィルムを作成し、300~1100gの荷重をかけ、光弾性感度を測定した。結果を表1に示した。

【0026】実施例2

BPFLを6.99kg(20mol)に、BPAを4.57kg(20mol)に、PTBPを558g(3.72mol)に変更した以外は、実施例1と同様に行った。得られた重合体の極限粘度[η]は0.37dl/gで、赤外線吸収スペクトル分析等よりこの重合体は重合比以外は実施例1と同等のポリカーボネート重合体構造を有することが認められた。結果を表1に示した。

【0027】実施例3

BPFLを9.79kg(28mol)に、BPAを2.74kg(12mol)に、PTBPを546g(3.64mol)に変更した以外は実施例1と同様に行った。得られた重合体の極限粘度[η]は0.39dl/gで、赤外線吸収スペクトル等よりこの重合体は重合比以外は実施例1と同等のポリカーボネート重合体構造を有することが認められた。結果を表1に示した。

【0028】実施例4

BPFLの代わりに9,9-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)フルオレン7.55kg(以下BCFと略称、20mol)を用い、BPAを4.57kg(20mol)に、THPEを244.8g(0.8mol)に、PTBPを618g(4.12mol)に変更した以外は、実施例1と同様に行った。得られた重合体の極限粘度[η]は0.39dl/gで、赤外線吸収スペクトル等よりこの重合体は重合比以外は実施例1と同等のポリカーボネート重合体構造を有することが認められた。結果を表1に示した。

## 【0029】比較例1

実施例1のポリカーボネートの代わりに、市販光記録媒体用2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(以下BPAと略称)型ポリカーボネート(三菱瓦斯化学(株)製H-4000、 $[\eta]=0.35\text{dl/g}$ )を用いて実施例1と同様の試験を行った。結果を表1に示した。

## 【0030】比較例2

BPFLを419g(1.2mol)に、BPAを8.86kg(38.8mol)に、PTBPを558g(3.72mol)に変更した以外は、実施例1と同様に行った。得られた重合体の極限粘度 $[\eta]$ は0.34dl

/gで、赤外吸収スペクトル等よりこの重合体は下記構造単位を有するポリカーボネート重合体と認められた。結果を表1に示した。

## 【0031】比較例3

BPAを用いず、BPFLのみ13.98kg(40mol)用い、PTBPを366g(2.44mol)に変更した以外は、実施例1と同様に行った。ホスゲンとの反応性が悪く重合は進行せず物性評価は出来なかった。

## 【0032】

## 【表1】

No.	BP成分(a) (mol%)	BP成分(b) (mol%)	分岐化剤 (mol phr)	光弾性 (mm/kg)	複屈折	Q (10-200/s)	極限粘度 (dl/g)	外観
実1	BPFL 20	BPA 80	THPE 1.0	1.0	60	56	0.35	良好
実2	BPFL 50	BPA 50	THPE 1.0	0.8	32	45	0.37	良好
実3	BPFL 70	BPA 30	THPE 1.0	0.7	26	35	0.39	良好
実4	BCF 50	BPA 50	THPE 2.0	0.8	30	51	0.39	良好
比1	BPA 100			1.2	90	40	0.35	良好
比2	BPFL 3	BPA 97	THPE 1.0	1.2	80	74	0.34	反り変形
比3	BPFL 100			—	—	—	—	合成不良

## 【0033】〔表1の説明〕

複屈折：(株)溝尻光学工業製、自動—使用。

測定波長：632.8nm。

光弾性：50 $\mu\text{m}$ 厚のキャストフィルムに300～1100gの荷重をかけ、エリブソメーター波長：632.8nmにて光弾性感度を測定した。

流れ値(Q値)：島津製作所(株)製高化式フローテスター使用。280℃、160kgf/cm<sup>2</sup>、ノズル径1mm×10mm条件での単位時間あたりの流量。(単位×10<sup>-2</sup>cc/sec)

BPFL：9,9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレン

BCF：9,9-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)フルオレン

BPA：2,2(4-ヒドロキシフェニル)プロパン

THPE：1,1,1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)エタン

BP成分(a)：一般式(A)の一般式(A)とBPAの合計量に対する割合(mol%)。

BP成分(b)：BPAの一般式(A)とBPAの合計量に対する割合(mol%)。

極限粘度：0.5g/100ccジクロロメタン樹脂溶液を20℃、ハギンズ定数0.45で極限粘度 $[\eta]$ (dl/g)を求めた。

## 【0034】

【発明の効果】本発明より、優れた成形性、低複屈折性を両立した光記録媒体用成形材料を提供できる。特に、高密度記録と信頼性が要求される書換可能な光ディスクおよび光磁気ディスクに好適である。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.<sup>7</sup>

G11B 7/24

識別記号

526

FI

G11B 7/24

(参考)

526G

(72)発明者 本田 典昭

大阪府豊中市神州町2丁目12番地 三菱瓦斯化学株式会社大阪工場内



!(7) 000-319376 (P2000-319376A)

Fターム(参考) 4J029 AB01 AD01 AE05 BB13A  
BC09 FC33 HC01 HC02 JC053  
JC091 JD05 KB11 KB12  
KB13 KB17 KB22  
5D029 KA07 KC07